Séparation et identification d'espèces chimiques

1)Historique

1.1)Quelques techniques utilisées en parfumerie

Jusque vers le XIX siècle, les substances servant à l'élaboration des parfums étaient extraites uniquement de produits naturels, animaux ou végétaux. Actuellement, si la parfumerie a recours à de nombreuses substances de synthèse, issues de l'industrie chimique, elle n'a pas renoncé à tirer parti des matériaux végétaux. Les procédés d'extraction ont évolué au cours du temps.

Fleurs de jasmin déposée sur de la graisse.

La technique d'enfleurage est employée pour des fleurs très fragiles, comme le jasmin par exemple. On étale une couche de graisse (mélange de porc et de bœuf) sur un châssis de verre et on y dépose les fleurs.

Peu à peu, la graisse aspire leur arôme. Chaque jour, on renouvelle les fleurs jusqu'à ce que la graisse ne soit plus capable d'aspirer l'arôme: on dit qu'elle est saturée. La graisse est alors lavée à l'alcool éthylique (ou éthanol) dans une batteuse et le parfum passe de la graisse à l'alcool. Celui-ci est ensuite évaporé sous vide. Il reste alors un résidu très parfumé, l'«absolue», qui servira à la fabrication de parfums.

1)Traduisez en langage scientifique : « la graisse aspire leur arôme » ; « le parfum passe de la graisse à l'alcool ». Quel rôle la graisse et l'alcool jouent-ils ?

2)Pensez-vous qu'on puisse évaporer facilement de la graisse ? Expliquez alors pourquoi on lave la graisse parfumée à l'alcool.

Le procédé d'extraction par solvant volatil s'est développé grâce à l'industrie pétrolière qui fournit ce type de solvants; on emploie le cyclohexane, le pentane, l'acétone, l'éther de pétrole...
Les fleurs sont chargées dans des paniers et plongées dans de grandes cuves qu'on remplit de solvant. Les paniers sont mis en rotation pendant plusieurs heures. Certaines substances contenues dans les fleurs passent dans le solvant. Celui-ci est ensuite évaporé.

Il reste alors un résidu solide appelé «concrète». Les concrètes sont constituées d'un mélange de substances odorantes et de substances inodores. Une deuxième extraction par de l'alcool éthylique (ou éthanol) à partir de la concrète permet, après évaporation de l'alcool, d'obtenir l'«absolue», une substance très parfumée.
Les solvants utilisés dans ce procédé sont volatils et inflammables, ce qui rend cette méthode d'extraction dangereuse (risques d'incendie). Elle nécessite des mesures de sécurité rigoureuses.
Questions
3)Donnez les noms des solvants cités dans ce document.

4)La concrète est constituée de produits odorants et de produits inodores. Quels sont ceux qui sont le plus soluble dans l'alcool éthylique ?

5)Expliquez pourquoi on effectue une deuxième extraction par l'alcool.

Pour en savoir beaucoup plus sur la parfumerie : http://www.museesdegrasse.com

1.2)Pourquoi doit-on agiter une vinaigrette avant de consommer ?

ACTIVITÉ DOCUMENTAIRE :

Commençons par examiner la composition de la vinaigrette, (...), composée de vinaigre, d'huile, de sel, de poivre et de moutarde à volonté. La vinaigrette est une émulsion: le vinaigre est une solution d'acide acétique dans l'eau.

Normalement, l'huile ne se dissout pas dans l'eau; c'est seulement quand on agite fortement un mélange d'eau et d'huile que des gouttelettes d'huile se placent en suspension dans l'eau. Temporairement, d'ailleurs, car ces gouttelettes, plus légères que l'eau, remontent, fusionnent et reforment une phase huileuse séparée. Cette description n'est valable que si la proportion d'huile n'est pas trop forte. Quand l'eau et l'huile sont en quantités égales, c'est l'huile qui forme des gouttelettes dispersées dans l'eau. En revanche, si l'on augmente la proportion d'huile, c'est l'eau qui viendra se placer sous forme de gouttelettes dans l'huile (...)

Extrait de l'ouvrage de M. Hervé THIS.
Les secrets de la casserole.

1)A la fin de la préparation de la vinaigrette, le sel n'est plus visible. Où est-il passé ?

2)Peut-on disoudre du sel dans de l'huile ?

3)A l'aide des informations du texte essayez de trouver une définition du mot émulsion

4)Que se passe-t-il lorqu'on laisse reposer la vinaigrette ?

Conclusion :

1.3)Densité d'un liquide

Dans l'exemple précédent l'huile remonte à la surface de la vinaigrette. On dit que sa densité est moins importante que celle de l'acide acétique.

Définition :
La densité d'un corps par rapport à l'eau est égale au quotient de la masse m d'un volume V du corps par la masse m' du même volume V d'eau.

$$d = \frac{m}{(m')}$$

m en kilo

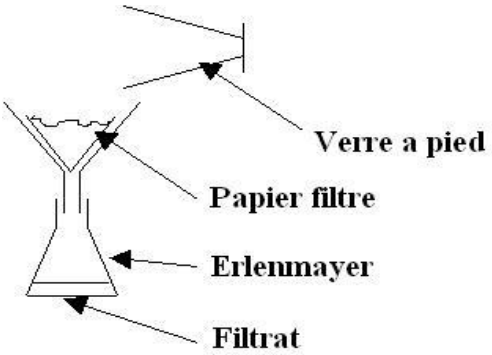
m' en kilo

Application : la densité du cyclohexane par rapport à l'eau est de 0,78. Quelle est la masse d'un volume de 1 litre de cyclohexane.

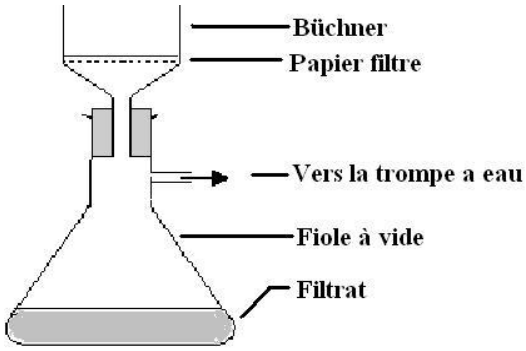
2)Techniques de séparation

2.1)La filtration

Cette technique est utilisée lorsque l'on est en présence d'un **solide non soluble dans le solvant**.
Exemple : Du sable et de l'eau.

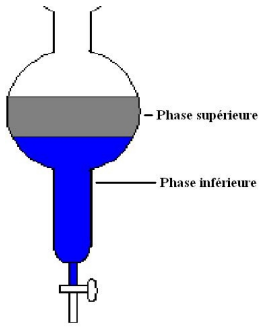


Filtration classique



Filtration sous vide

2.2)La décantation



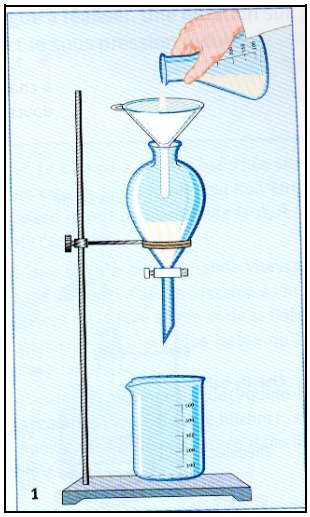
Cette technique est à utiliser lorsque l'on est en présence de **deux liquides non miscibles**.
Dans ce cas les deux liquides non miscibles sont introduits dans une ampoule à décanter. Le liquide ayant la plus faible densité surnage : il constitue la phase supérieure, alors que le plus dense constitue la phase inférieure.

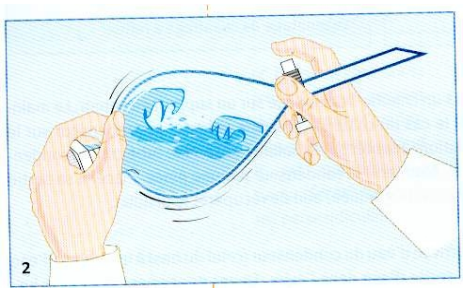
Mode d'emploi de l'ampoule à décanter :
1)Placer l'ampoule à décanter sur son *support, robinet fermé.* Disposer *un* bécher sous l'ampoule.

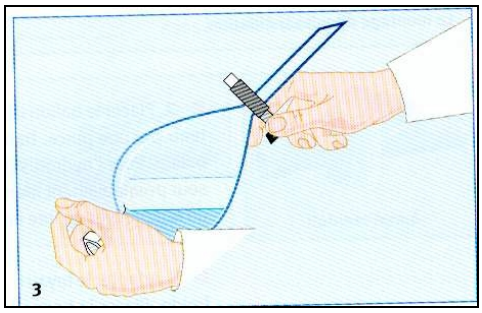
2)Introduire la solution contenant la substance à extraire, puis le solvant extracteur, par le haut de l'ampoule à décanter (schéma 1).

3)Boucher l'ampoule et la retirer du support. La renverser en prenant soin de bien tenir le bouchon d'une main et de l'autre le robinet.

4)Agiter énergiquement en ouvrant le robinet de temps en temps afin d'éviter des problèmes de surpression dans l'ampoule (schémas 2 et 3).







5)Vérifier que le robinet est fermé puis replacer l'ampoule sur son support. Enlever le bouchon et laisser reposer le mélange pendant quelques minutes. Les deux liquides non miscibles se séparent progressivement, jusqu'à ce qu'on observe deux phases bien distinctes.

6)Ouvrir le robinet pour laisser le liquide le plus dense s'écouler. Le refermer lorsque la surface de séparation des deux liquides a atteint le robinet.

2.3)Extraction par solvant

Pour extraitre une espèce A d'un solvant S il faut :

- Un autre solvant S' non miscible à S
- Il faut que la substance A soit plus soluble dans S' que dans S

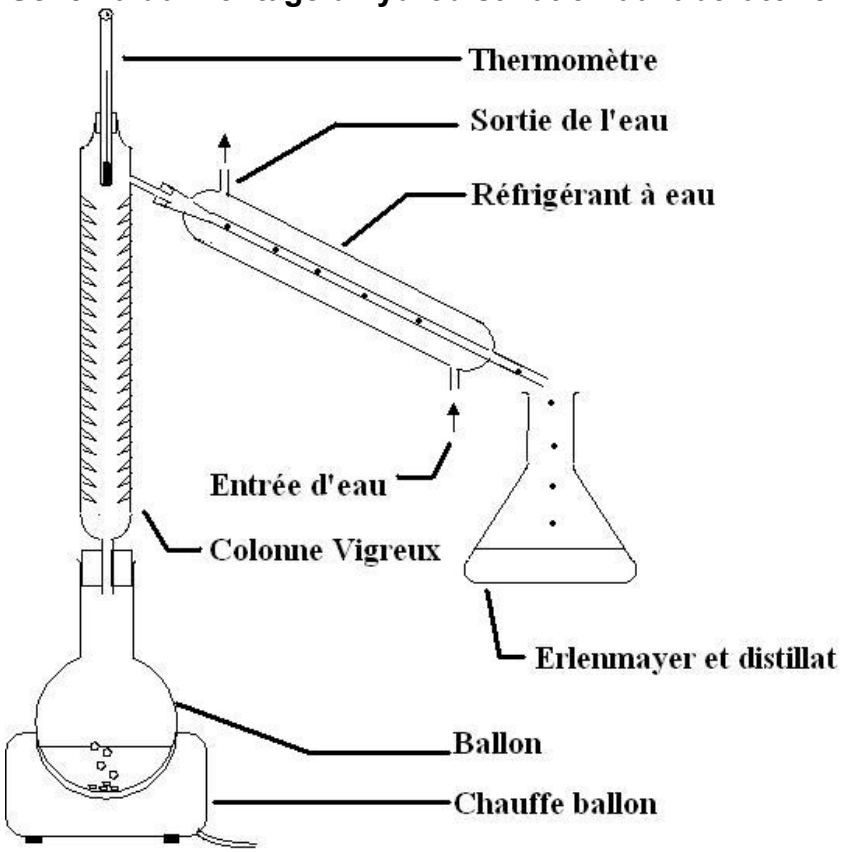
Si ces deux conditions sont réunies, alors une grande proportion de l'espèce A de S passe dans le solvnat S'. Pour séparer S et S' la technique de l'ampoule à décanter peut être utilisée.

Exemple : Dans le cadre de la technique d'enfleurage, Les composés arômatiques étaient piégés dans la graisse (solvant S). Puis, ils ont été extrait de S à l'aide d'éthanol (S').

2.4)Hydrodistillation ou entraînement à la vapeur

Ce procédé est basé sur le passage à l'état gazeux des substances chimiques. En effet les molécules d'eau sous forme gazeuse (vapeur) entraînent dans leur déplacement les autres molécules. Puis lorsque la température redescend (dans le réfrigérant), les molécules repassent à l'état liquide (condensation). On reccupère ainsi le distillat.

Schéma du montage d'hydrodistillation au laboratoire :



3)Caractérisation d'une expèce chimique

3.1)Températures de changement d'état

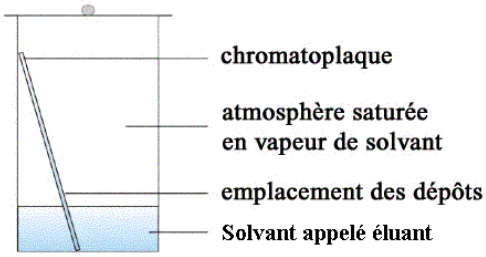
Les températures de fusion,d'ébullition et de fusion sont caractéristiques d'une sbstance chimique. Ainsi connaître une température de changement d'état d'une substance, permet d'avoir quelques indications sur sa nature.

3.2)L'indice de réfraction

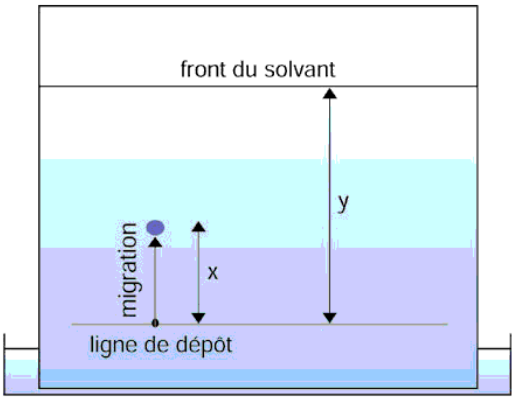
Toutes les substances chimques ne se comportent pas de la même manière vis à vis de la lumière. Mesure l'indice de réfraction d'une substance, permet également d'avoir des indications sur sa nature.

3.3)La chromatographie

La plaque pour chromatographie est constituée d'une feuille d'aluminium sur laquelle est déposée une couche mince de silice poreuse. Cette mince couche constitue la phase stationnaire. La partie inférieure de cette plaque est plongée dans un solvant liquide ou un mélange de solvants appelé éluant. Le solvant s'élève par capillarité le long de la couche mince : il constitue la phase mobile. La chromatographie est basée sur la différence d'adsorption des constituants du mélange sur la phase fixe balayée par l'éluant. Une substance, soluble dans l'éluant, est entraînée le long de la couche mince, ce phénomène est appelé élution. Plus la solubilité de la substance dans l'éluant est grande, plus la distance parcourue par elle le long de la couche mince est grande. On définit pour une espèce chimique donnée, le rapport frontal (R_f) par le rapport de la distance parcourue par l'espèce chimique (milieu de la tache) sur celle parcourue par l'éluant (front).



La chromatographie sur papier est une chromatographie de partage basée sur la différence de solubilité des espèces à séparer. La phase stationnaire et formée par l'eau liée au molécules de cellulose du papier.



cuve + solvant de migration

Le rapport frontal Rf est une caractéristique d'une espèce chimique, dans un éluant donné et sur un support donné. Il est défini par :

$$Rf = \frac{(distance\ parcourue\ par\ l'espèce\ chimique)}{(distance\ parcourue\ par\ le\ front\ de\ l'éluant)} = x/y$$